

19 BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift

10 DE 43 31 747 A 1

21 Aktenzeichen: P 43 31 747.2

22 Anmeldetag: 20. 9. 93

43 Offenlegungstag: 23. 3. 95

51 Int. Cl. 8:

C 08 L 97/00

B 29 B 9/14

C 08 L 97/00

C 08 J 3/12

C 08 L 7/00

C 08 L 89/00

C 08 J 3/18

C 08 J 5/04

C 08 J 9/04

B 01 J 2/20

DE 43 31 747 A 1

71 Anmelder:

Wünning, Paul, 78244 Gottmadingen, DE

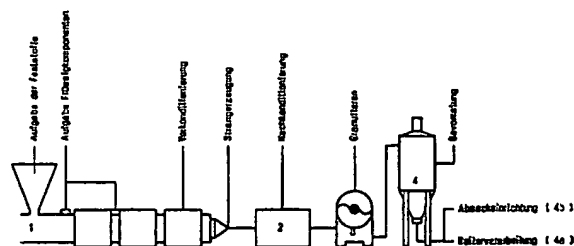
72 Erfinder:

Antrag auf Nichtnennung

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Extrudiertes, faserverstärktes Naturstoff-Granulat zur thermoplastischen Weiterverarbeitung, sowie Verfahren zu seiner Herstellung

57 Ein im Extrudierverfahren hergestelltes Naturstoff-Granulat aus überwiegend nachwachsenden Rohstoffen (Lignin, Naturkautschuk, Naturfasern etc.), welches wie übliche thermoplastische Kunststoffe bei Temperaturen von ca. +110°C zu Formteilen verarbeitet werden kann. Durch die Einbindung von inaktiven Porenbildnern im Naturstoff-Granulat wird erst bei der thermoplastischen Verarbeitung eine porenbildende Reaktion gestartet und gestattet die Herstellung von Formteilen geringer Dichte. Die aus diesem Naturstoff-Granulat hergestellten Formteile sind recyclingfähig und/oder auf natürlichem Wege verrottbar.



Legende:

- 1 = Extruder mit separativen Vorrichtungen
- 2 = Granulator mit separativen Vorrichtungen
- 3 = Granulator mit separativen Vorrichtungen
- 4 = Vorwärmer mit separativen Vorrichtungen zur
- 4a = Thermoplastischen Weiterverarbeitung mit separativen Vorrichtungen
- 5 = Abkühlung/Verpackung mit separativen Vorrichtungen

DE 43 31 747 A 1

Die Erfindung betrifft ein verrott- und kompostierbares Naturstoff-Granulat aus überwiegend nachwachsenden Rohstoffen, aus dem in thermoplastischen Spritzgießverfahren Formteile aller Art hergestellt werden können, sowie das Verfahren zu seiner Herstellung.

Formteile aus natürlichen Polymeren herzustellen, wie in den Patentschriften EP-PS 90 600 und DE 38 27 061/C1 beschrieben, entspricht dem Stand der Technik. Ebenso (siehe Firmenschrift der ICI) können Formteile aus dem unter dem Markennamen "BIOPOL" angebotenen Kunststoff-Granulat hergestellt werden. Auch werden Formteile aus Kunststoff-Granulaten auf der Basis von Stärke (siehe Firmenschriften von NOVON POLYMERS AG/Warner-Lambert, Comp.) und Cellulosederivaten (Markenname z. B. "BIOCETA") hergestellt. All diese bekannten "natürlichen Kunststoffe" weisen mehr oder weniger die gleichen Nachteile auf, welche einer breiten Anwendung, und damit einer breiteren wirtschaftlichen Verwertung, im Wege stehen. Diese Nachteile betreffen in erster Linie die hohen Materialkosten (z. T. um den Faktor 10 bis 15 höher als bei synthetischen Kunststoffen), die sehr hohe Feuchteempfindlichkeit (Hygroskopie), welche durch Anteile von Weichmachern noch zunimmt, sowie der z. T. weiterhin hohe Energiebedarf (die Verfahrenstemperaturen liegen bei  $> +180^{\circ}\text{C}$ ).

Der Erfindung liegt nun die Aufgabe zugrunde, ein Naturstoff-Granulat vorzuschlagen, welches eine energiearme thermoplastische Verarbeitung in herkömmlichen Kunststoff-Verarbeitungsmaschinen gestattet, bei gesteuerter Reduktion der Dichte und variierbarer Feuchteresistenz, ohne die Fähigkeit der biologischen Verrottbarkeit zu verlieren. Außerdem wurde bei der Erfindung großer Wert auf die Wirtschaftlichkeit gelegt, damit die Granulat-Preise ähnlich denen der bisher verwendeten Kunststoffe sind. Stellt man weiterhin in Rechnung, daß die Prozeßtemperaturen des nachfolgend beschriebenen Naturstoff-Granulats bei ca.  $+90^{\circ}\text{C}$  bis ca.  $+120^{\circ}\text{C}$  liegen, so ergibt sich hieraus auf Grund der geringeren Energiekosten ein wesentlicher wirtschaftlicher Vorteil. Ein weiterer wirtschaftlicher Vorteil wird sich aus der Ökobilanz des erfindungsgemäßen Naturstoff-Granulats ergeben.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Naturstoff-Granulat auf der Basis polyphenolischer Adhaesive gelöst. Diese polyphenolischen Adhaesive fallen als sogenannter Reststoff bei der Zellstoffproduktion an. Beim thermischen Umwandlungsprozeß werden diesen Adhaesiven unterschiedliche Anteile an natürlichen Proteinen (z. B. Gelatine), endotherm reagierenden Expansionsadditiven (z. B. Treibmittel auf Basis Natriumbicarbonat) und Weichmachern (z. B. Wasser, zwei- bzw. dreiwertige Alkohole) und Flexibilisatoren (z. B. Naturkautschuk), beigegeben. Zur Erhöhung der Festigkeit kann dem Naturstoff-Granulat ein Füllstoffanteil in Form von natürlichen Fasern (z. B. Fasern aus C4-Pflanzen) zugeführt werden. Diese Fasern werden bevorzugt aus ausschließlich mechanisch vorbehandelten Naturfasern gewonnen. Durch Zugabe von natürlichen Farbpigmenten ist eine Farbgebung möglich. Das erfindungsgemäße Naturstoff-Granulat verhält sich wie ein synthetischer Thermoplast und gestattet die Herstellung von Formteilen aller Art.

Die nachstehende Beschreibung bevorzugter Ausführungsformen der Erfindung dient im Zusammenhang mit den angegebenen Beispielen und dem beigefügten

Fließschema der weiteren Erläuterung.

Erfindungsgemäß wird das Naturstoff-Granulat wie folgt hergestellt:

Ausgehend von handelsüblichen, bei der Zellstoffherstellung anfallenden Reststoffe wird diese Ausgangssubstanz nach bekannten Verfahren, z. B. Extruder, unter Zugabe der in den Beispielen genannten weiteren Komponenten, wie z. B. inaktive Expansionsadditive (Porenbildner), verrottbare Naturfasern ect., zu einem Halbzeug bearbeitet (Strangguß), konditioniert und granuliert und in dieser Form als Naturstoff-Granulat, nach bekannten Verfahren (Spritzgießmaschinen), zu Formteilen weiter verarbeitet. Bei der Herstellung von Formteilen mit geringer Dichte ist es von größter Wichtigkeit, daß der inaktive Porenbildner im Granulat eingebunden ist und in gleichmäßiger Verteilung vorliegt. Dadurch wird erreicht, daß die porenbildende Reaktion erst bei der Formteile-Herstellung beginnt und endotherm verläuft.

### Beispiel 1

In die Einzugsöffnung eines Extruders wurde das Ausgangsmaterial Lignin zusammen mit einem geringen Anteil Gelatinehydrolysat und einem natürlichen Weichmacher mittels einer apparativen Vorrichtung aufgegeben und bei einer Prozeßtemperatur von ca.  $+115^{\circ}\text{C}$  aufgeschmolzen. An einer nachgeschalteten Aufgabestelle wurde mit einer weiteren apparativen Vorrichtung eine Naturfaserfraktion von  $< 1,6 \times 0,4$  mm bei gleichbleibender Prozeßtemperatur der Schmelze zugegeben. An einer weiteren Aufgabestelle wurde der in Lösung befindliche Flexibilisator dosiert hinzugegeben. Nach Durchlaufen einer temperierten Mischzone wurde über eine Austrittsdüse ein Strang erzeugt, wobei die Prozeßtemperatur geringfügig auf ca.  $+125^{\circ}\text{C}$  erhöht wurde. Durch die Prozeßtemperatur wurde bereits eine entsprechende Entfeuchtung des Strangs erreicht. Nach weiterer Konditionierung des Strangs wurde dieser mittels apparativer Vorrichtung dem Granulierer zugeführt. Die Restfeuchtekonstanz des Granulats lag im Mittel bei ca. 9,5%.

Das so gewonnene Naturstoff-Granulat eignet sich sehr gut zur thermoplastischen Herstellung mechanisch beanspruchter Formteile im Spritzgießverfahren.

### Beispiel 2

In die Einzugsöffnung eines Extruders wurde das Ausgangsmaterial Lignin zusammen mit einem geringen Anteil Gelatinehydrolysat und einem natürlichen Weichmacheranteil mittels einer apparativen Vorrichtung aufgegeben und bei einer Prozeßtemperatur von ca.  $+110^{\circ}\text{C}$  aufgeschmolzen. An einer weiteren Aufgabestelle wurde der in Lösung befindliche Flexibilisator, einschließlich des inaktiven Porenbildners, dosiert hinzugegeben. Anschließend wurde über eine Austrittsdüse ein Strang erzeugt. Durch die Prozeßtemperatur wurde bereits eine entsprechende Entfeuchtung des Strangs erreicht. Nach weiterer Konditionierung des Strangs wurde dieser mittels apparativer Vorrichtung dem Granulierer zugeführt. Die Restfeuchtekonstanz des Granulats lag im Mittel bei ca. 10%.

Das so gewonnene Naturstoff-Granulat eignet sich sehr gut zur Herstellung von Formteilen mit geringer Dichte im Spritzgießverfahren.

## Beispiel 3

In die Einzugsöffnung eines Extruders wurde das Ausgangsmaterial Lignin zusammen mit einem geringen Anteil Gelatinehydrolysat und einem Anteil natürlicher Weichmacher mittels einer apparativen Vorrichtung aufgegeben und bei einer Prozeßtemperatur von ca. +115°C aufgeschmolzen. An einer weiteren Aufgabestelle wurde der in Lösung befindliche Flexibilisator dosiert hinzugegeben. Nach Durchlaufen einer temperierten Mischzone wurde über eine Austrittsdüse ein Strang erzeugt, wobei die Prozeßtemperatur geringfügig auf ca. +125°C erhöht wurde. Durch die Prozeßtemperatur wurde bereits eine entsprechende Entfeuchtung des Strangs erreicht. Nach weiterer Konditionierung des Strangs wurde dieser mittels apparativer Vorrichtung dem Granulierer zugeführt. Die Restfeuchtekonstanz des Granulats lag im Mittel bei ca. 11%.

Das so gewonnene Naturstoff-Granulat eignet sich hervorragend zur thermoplastischen Herstellung von dünnwandigen Formteilen im Spritzgießverfahren.

## Beispiel 4

In die Einzugsöffnung eines Extruders wurde das Ausgangsmaterial Lignin zusammen mit einem geringen Anteil Gelatinehydrolysat und einem Anteil natürlicher Weichmacher mittels einer apparativen Vorrichtung aufgegeben und bei einer Prozeßtemperatur von ca. +115°C aufgeschmolzen. An einer weiteren Aufgabestelle wurde der in Lösung befindliche Flexibilisator dosiert hinzugegeben. Nach Durchlaufen einer temperierten Mischzone wurde über eine Flachdüse ein plättchenförmiger Strang erzeugt, wobei die Prozeßtemperatur geringfügig auf ca. +125°C erhöht wurde. Über eine nachfolgende apparative Vorrichtung wurde dieser Strang weiter ausgewalzt und auf eine entsprechende Länge gebracht. Die Restfeuchtekonstanz des Granulats lag im Mittel bei ca. 15%.

Das so gewonnene Naturstoff-Halbzeug eignet sich sehr gut zur thermoplastischen Herstellung von Formteilen im Warmpreßverfahren.

## Patentansprüche

1. Thermoplastisch verarbeitbares Naturstoff-Granulat, gekennzeichnet dadurch, daß die Ausgangssubstanz als pulverförmiges Lignin in einem Anteil von 25 bis 70 Gew.-% vorliegt.
2. Thermoplastisches Naturstoff-Granulat nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Ausgangssubstanz als in Lösung befindliches Lignin in einem Anteil von 15 bis 70 Gew.-% vorliegt.
3. Thermoplastisches Naturstoff-Granulat nach Anspruch 1 bis 2, gekennzeichnet durch einen Anteil von 0,1 bis 2,5 Gew.-% inaktiver porenbildender Additive.
4. Thermoplastisches Naturstoff-Granulat nach Anspruch 1 bis 2, gekennzeichnet durch einen Anteil von 1 bis 40 Gew.-% Naturkautschuk.
5. Thermoplastisches Naturstoff-Granulat nach Anspruch 1 bis 4, gekennzeichnet durch einen Anteil von 1 bis 20 Gew.-% natürlicher Proteine und Weichmacher.
6. Thermoplastisches Naturstoff-Granulat nach Anspruch 1 bis 5, gekennzeichnet durch einen Anteil von 0,5 bis 50 Gew.-% ausschließlich mechanisch vorbehandelter Naturfasern.

7. Thermoplastisches Naturstoff-Granulat nach Anspruch 1 bis 6, gekennzeichnet durch einen Anteil von 0,05 bis 10 Gew.-% natürlicher Farbpigmente.

8. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastisch verarbeitbaren Naturstoff-Granulats nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß über eine apparative Aufgabevorrichtung die einzelnen Komponenten den jeweiligen Mischzonen eines Extruders zugeführt und vermischt werden. Über eine Austrittsdüse unterschiedlicher Geometrie wird ein Strang erzeugt, der nach erfolgter Konditionierung einer Granuliertvorrichtung und/oder Granulieranlage zugeführt wird und danach als thermoplastisches Granulat oder Halbzeug zu verwerten ist.

9. Verfahren nach Anspruch 8, gekennzeichnet dadurch, daß die Prozeßtemperaturen zwischen +90°C und +130°C liegen.

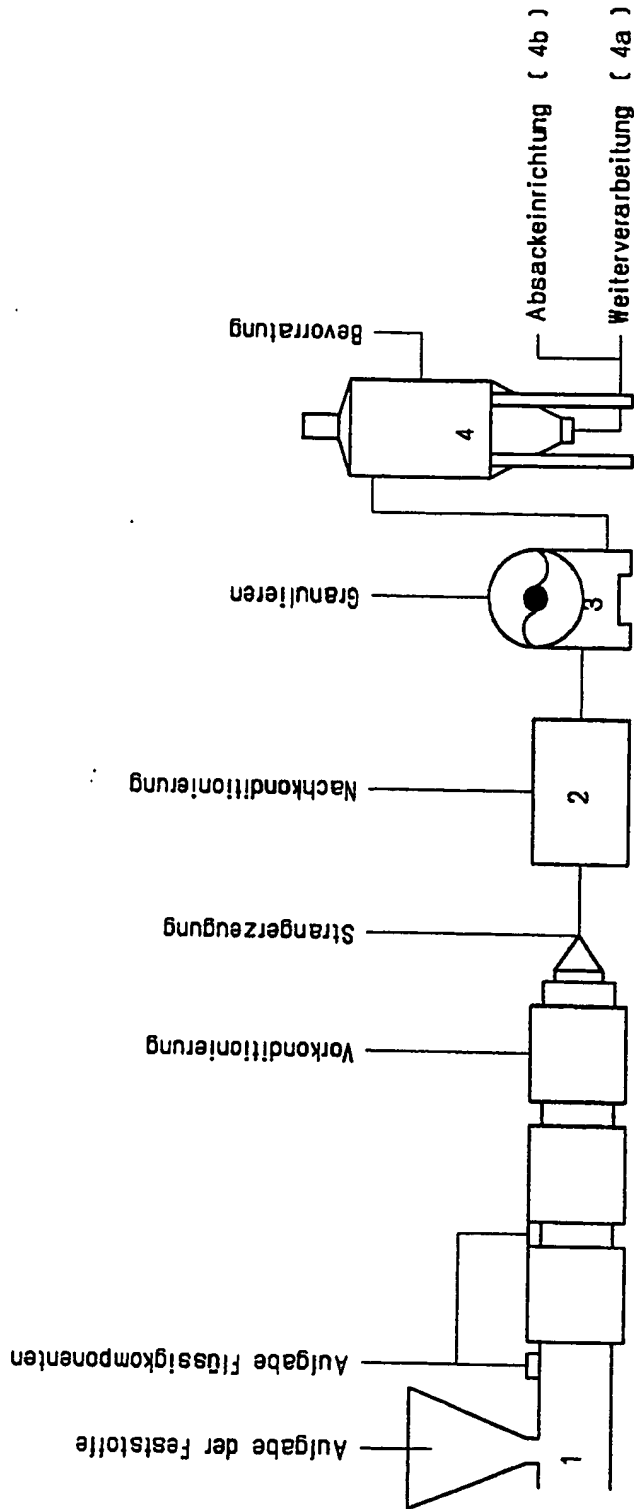
10. Verfahren nach Anspruch 8, gekennzeichnet dadurch, daß die Konditionierung des Granulats in klimatisch konstanter Umgebung zwischen +25°C und +45°C und einer relativen Luftfeuchte zwischen 40% und 65% erfolgt.

---

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

---

# Anlage -1- zur Zusammenfassung



## Legende:

- 1 = Extruder mit apparativen Vorrichtungen
- 2 = Klimazone mit apparativen Vorrichtungen
- 3 = Granulierer mit apparativen Vorrichtungen
- 4 = Vorrats-Silo mit apparativen Vorrichtungen zur thermoplastischen Weiterverarbeitung mit apparativen Vorrichtungen
- 4a = Absackung/Verpackung mit apparativen Vorrichtungen
- 4b = Absackung/Verpackung mit apparativen Vorrichtungen